

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

Publication number : 63-30386

Date of publication of application : 02.09.1988

Int.Cl. C04B 41/87
C04B 35/56
C04B 41/80

Application number : 61-171804 Applicant : NIHON TOKUSHU TOGYO
CORP
NISSAN AUTOMOBILE CORP
Date of filing : 07.23.1986 Inventor : HATORI yoshinori
SASAKI masashi

Name of invention: METHOD FOR MANUFACTURING SINTERED SILICON
CARBIDE HEAT-RESISTANT PARTS

Abstract: A method for manufacturing sintered silicon carbide heat-resistant parts characterized by forming an oxidized layer including oxide of metallic silicon on the surface of the sintered silicon carbide including free metallic silicon.

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-30386

⑤ Int. Cl.⁴C 04 B 41/87
35/56
41/80

識別記号

1 0 1

庁内整理番号

M-7412-4G
7158-4G
A-7412-4G

④ 公開 昭和63年(1988)2月9日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全2頁)

⑭ 発明の名称 反応焼結炭化珪素製耐熱部品の製造方法

⑮ 特 願 昭61-171804

⑯ 出 願 昭61(1986)7月23日

⑰ 発 明 者 服 部 善 憲 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会社内

⑱ 発 明 者 佐々木 正史 神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産自動車株式会社内

⑲ 出 願 人 日本特殊陶業株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

⑳ 出 願 人 日産自動車株式会社 神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地

㉑ 代 理 人 弁理士 竹内 守

明 細 書

1. 発明の名称

反応焼結炭化珪素製耐熱部品の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 遊離金属珪素を含む反応焼結炭化珪素焼結体に於て、該焼結体の表面に金属珪素の酸化物を含む酸化皮膜を形成させることを特徴とする反応焼結炭化珪素製耐熱部品の製造方法

(2) 金属珪素の酸化物を含む酸化皮膜が金属珪素の融点以下の温度で炭化珪素焼結体を再加熱することにより形成される特許請求の範囲第1項記載の反応焼結炭化珪素製耐熱部品の製造方法

(3) 金属珪素の酸化物を含む酸化皮膜が珪酸系ガラス粉末の焼付けにより形成される特許請求の範囲第1項記載の反応焼結炭化珪素製耐熱部品の製造方法

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は炭化珪素を反応焼結して緻密性を高めた耐熱部品の製造方法に関する改良に存する。

従来の技術

炭化珪素(SiC)は従来より耐火物用、研削研磨材料用として用いられているが共有結合性の物質であるためにSi₃N₄と同様に難焼結性材料として知られている。SiCを用いたエンジニアリングセラミックスとしてはホットプレス法(HPSC)、常圧焼結法(SSC)、反応焼結法(RSSC)が知られているが、本発明はRSSCを改良し優れた耐熱部品を得ようとするものである。

さて、RSSCの一般的プロセスは以下のとおりである。

①原料混合 (SiC粉+C粉) ②成形加工
③焼成 ④必要の場合後加工 ⑤検査

なお上記③の焼成に於ては成形体を珪素蒸気中に置いてC粒子を珪化せしめるものであり、この際反応に預からなかった余剰珪素が粒子間に留まることになる。

発明が解決すべき問題点

従ってこのような従来法による反応焼結炭化珪素セラミックス製の耐熱部品にあっては焼結体内

部に余剰の金属珪素が有する組織を有するものとなっているために、特に還元性雰囲気にて、例えば1200℃以上の高温に曝されると、上記残留珪素が焼結体表面に溶出し、脱落するため、例えばこのような従来法によるSiC焼結耐熱部品をエンジン部品として用いると、タービンなどの下流部品を破壊したり、RSSC部品同志の組合物品やRSSCと他のセラミック部品との組合物品に於て溶出した金属珪素の固化時の体積膨張によって組合せ部を破壊したりするという問題を生じていた。

問題点を解決するための手段

本発明は上記の問題点を解決するために鋭意検討の結果なされたもので、その概要は以下のとおりである。

通常的手段により反応焼結して遊離金属珪素を含む反応焼結炭化珪素焼結体の表面に金属珪素の酸化皮膜を形成することを特徴とする方法である。

作 用

本発明の方法によれば、SiC焼結耐熱部品の表面には酸化皮膜が形成されているため焼結体の表

面が使用環境下に於ける還元性雰囲気の直接的な影響を受けず焼結体内に残存する遊離金属珪素が表面に溶出する危険性を防止するものである。

実施例

試験例1. 外径100mmφ、長さ200mm、厚さ4mmの反応焼結炭化珪素からなるガスタービン燃焼筒を作り、電気炉内で1300℃の大気雰囲気中に4時間保持し、表面にSiO₂の酸化層を形成した。

次にこれを1300℃の還元性燃焼ガス雰囲気下に10hr暴露した後その表面状態を調べたところSiの吹出しは観察されなかった。

試験例2. 外径100mmφ、長さ200mm、厚さ4mmの反応焼結炭化珪素からなるガスタービン燃焼筒を作り、これをSiO₂-H₂BO₃-K₂O（ホウ珪酸ガラス）系のガラス粉末50重量部に、水50重量部、ポリビニルアルコール2重量部を加えアルミナ製ボールミルにて6時間混合して作成したスラリーの中に浸漬し、乾燥した後、1250℃の大気雰囲気下で30min保持しガラス焼付けを

行なった。

次にこれを1300℃の還元性燃焼ガス雰囲気下に10hr暴露した後、その表面状態を調べたところSiの吹出しは観察されなかった。

試験例3. 試験例1と同じ反応焼結炭化珪素からなるガスタービン燃焼筒を作り、これをそのまま還元性燃焼ガス雰囲気下に10hr暴露した後その表面状態を調べたところ、Siの吹出しが著しいことが観察された。

試験例4. 外径100mmφ、長さ200mm、厚さ4mmのRSSCから成るガスタービン燃焼筒を作り、これをSiO₂-B₂O₃-Na₂O系ガラス（α=7.6×10⁻⁶/℃）粉末50重量部に水50重量部、ポリビニルアルコール2重量部を加え、アルミナ製ボールミルにて6時間混合して作成したスラリーの中に浸漬し、乾燥した後1050℃の大気雰囲気下で30min保持しガラス焼付けを行なった。

次にこれを1300℃の還元性燃焼ガス雰囲気下に10時間暴露した後、その表面状態を調べたところSiの吹出しは酸化物皮膜処理をしなかった物

より少なかったがガラス面にRSSCの強度低下を起す多数のクラックが観察された。

上記実施例から判るように本発明に於てはSiO₂皮膜によって内部のSiが逸出するのを防止するものであるから、ガラスを塗布する場合は実施例のホウ珪酸ガラスに限らず1300℃程度で流出するおそれのないSiO₂含有酸化物系ガラス（ホウ珪酸系ガラス）を使用し得るものである。

発明の効果

本発明によれば、従来法により反応焼結炭化珪素焼結体を製造した後、その表面にSiO₂もしくはこれを含む酸化皮膜を設けるという極めて簡単な手段により、焼結体中に残存する金属珪素の逸散を防止し、タービンなどの下流部品の破壊や、金属Siの固化時のRSSC同志又は他のセラミックとの組合せに於て組合せ部の破壊等の発生を未然に防ぐことができる。

代理人 弁理士 竹 内 守